

## Penentuan kadar fosfor dalam abu batubara dengan spektrofotometer





Acuan :

ISO /R 622 - 1967, *Determination of phosphorus in ash from coal*

Berdasarkan usulan dari Departemen Pertambangan dan Energi  
standar ini disetujui oleh Dewan Standardisasi Nasional  
menjadi Standar Nasional Indonesia dengan nomor :

SNI 13 - 4119 - 1994

**Daftar isi**

	<b>Halaman</b>
1 Ruang lingkup .....	1
2 Prinsip .....	1
3 Pengambilan contoh .....	1
4 Penentuan fosfor dalam abu batubara dengan spektrofotometer .....	1
5 Perhitungan .....	4
6 Ketelitian analisis .....	5



## **Penentuan kadar fosfor dalam abu batubara dengan spektrofotometer**

### **1 Ruang lingkup**

Standar ini meliputi prinsip, pengambilan dan preparasi contoh, cara menentukan kadar fosfor dalam abu batubara dengan spektrofotometer dan ketelitian analisis.

### **2 Prinsip**

Fosfor diekstraksi dari abu batubara dengan campuran asam nitrat dan asam fluorida. Dengan penambahan larutan amonium molibdat, asam fosfat yang terbentuk akan berubah menjadi asam fosfomolibdat.

Senyawa ini di dalam larutan kemudian direduksi oleh  $\text{SnCl}_2$  dalam suasana asam membentuk senyawaan kompleks biru molibden (molybdenum blue). Konsentrasi fosfor yang membentuk senyawa kompleks tersebut dapat ditentukan dengan mengukur absorbansnya menggunakan spektrofotometer.

### **3 Pengambilan dan preparasi contoh**

Pengambilan dan preparasi contoh dilakukan sesuai dengan SNI 13-3396-1994, SNI 13-3397-1994, SNI 13-3398-1994, SNI 13-3475-1994, SNI 13-3648-1994, SNI 13-3649-1994.

### **4 Penentuan fosfor dalam abu batubara dengan spektrofotometer**

#### **4.1 Preaksi**

Pereaksi yang digunakan seluruhnya harus berkualitas p.a (pro analisis), dapat diuraikan sebagai berikut.

- 1) Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat
- 2) Asam fluorida ( $\text{HF}$ ), larutan asam fluorida 40% (berat/volume)
- 3) Larutan standar kaliumdihidrogen fosfat yang mengandung 1 mg fosfor per mililiter.  
Larutkan 4,3935 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  yang telah dikeringkan pada suhu 110 °C selama 1 jam dalam akuades, encerkan menjadi 1000 ml.
- 4) Asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 20% (v/v).



Tambahkan 200 ml asam sulfat (berat jenis : 1,84) ke dalam 750 ml akuades, dinginkan dan encerkan menjadi 1 liter.

- 5) Larutan natrium metabisulfat 40 g per liter.

Larutkan 40 g natrium metabisulfat ( $\text{NaHSO}_3$ ) dalam akuades, encerkan menjadi 1 liter.

- 6) Larutan amonium molibdat, 50 g/l dalam asam sulfat 10%.

Larutkan 50 g amonium molibdat  $\{(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}\}$  dalam 750 ml asam sulfat 10% hangat, dinginkan kemudian encerkan menjadi 1 l dengan asam sulfat 10%.

- 7) Larutan baku timah (II) klorida, 40 g/l dalam asam klorida 20%.

Larutkan 40 g timah klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) dalam 20 ml Hcl, encerkan dengan akuades menjadi 100 ml. Larutan baku ini tidak boleh disimpan lebih dari 3 minggu.

- 8) Larutan timah klorida, 10 g/l dalam asam klorida 0,5%.

Encerkan 2,5 ml larutan baku timah klorida (no. 7) dengan akuades menjadi 100 ml. Siapkan segera setiap akan dipakai.

#### 4.2 Peralatan

Peralatan yang diperlukan antara lain :

- Peralatan gelas, harus yang berkualitas baik dan mempunyai ketelitian ukur yang tepat ;
- Piala teflon volume 100 ml atau cawan platina dengan tutup, kapasitas 30 ml
- Tungku *muffle* ;
- Mortar agat ; dan
- Spektrofotometer.

#### 4.3 Preparasi contoh abu batubara

Bila contoh yang diterima berupa batubara, abu dari batubara dipersiapkan dengan cara memanaskan contoh batubara yang lolos ayakan berukuran 0,212 mm dalam tungku muffle pada suhu  $815 \pm 10^\circ \text{C}$  sesuai dengan penetapan kadar abu dalam batubara (SNI 13-3480-1994). Gerus abu batubara dengan mortar agat sampai berukuran halus, lebih kecil dari 0,066 mm.



#### 4.4 Preparasi larutan contoh

- a) Timbang 0,5 - 1,0 gram abu batubara dengan timbangan analitis 4 desimal dalam cawan platina atau piala teflon 100 ml.
- b) Tambahkan dengan hati-hati 2 ml  $\text{HNO}_3$  dan 1 ml HF ke dalam cawan, tutup cawan dengan tutupnya, dan uapkan di atas plat pemanas pada suhu 150 °C dengan hati-hati jangan sampai terjadi percikan, sampai kering macak.
- c) Tambahkan lagi 2 ml  $\text{HNO}_3$  dan 1 ml HF, kemudian uapkan kembali.
- d) Tambahkan 1 ml  $\text{HNO}_3$ , uapkan sampai kering, kemudian teteskan ke dalam isi cawan 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dengan menggunakan pipet, biarkan agar semua isi cawan larut dalam asam
- e) Digestasi selama 5 menit agar semua material larut sempurna dalam asam.
- f) Encerkan dengan akuades sampai volumenya kurang 15 ml, saring ke dalam gelas piala 100 ml dengan menggunakan kertas saring ban biru, cuci cawan dan kertas saring dengan sedikit akuades panas.
- g) Tambahkan 2 ml larutan natrium meta bisulfit, kemudian didihkan sampai belerang dioksida hilang.
- h) Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan akuades sampai 100 ml, kemudian kocok sampai homogen (larutan contoh).

#### 4.5 Prosedur pengukuran

- a) Pipet sejumlah tertentu (5 - 25 ml) larutan contoh ke dalam labu ukur 100 ml (volume larutan ini disesuaikan dengan kadar fosfor dalam contoh).
- b) Tambahkan 10 ml asam sulfat dan 35 ml akuades, kemudian kocok.
- c) Tambahkan 10 ml larutan amonium molibdat, kocok kembali, lalu tambahkan 2 ml larutan  $\text{SnCl}_2$  dan kocok kembali sampai homogen.
- d) Encerkan larutan dengan akuades menjadi 100 ml, kemudian kocok sampai homogen.
- e) Biarkan larutan pada suhu kamar (20° - 30 °C) selama 15 menit.
- f) Ukur absorbans dari larutan tersebut dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 700 nm.
- g) Lakukan prosedur pengukuran (5.5) butir a - f tanpa contoh (blanko) untuk mengoreksi perhitungan kadar fosfor dalam contoh dari kurva kalibrasi.



#### 4.6 Penentuan kurva kalibrasi

- Pipet 10 ml larutan standar kalium dihidrogen fosfat (4.1.3), masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan akuades menjadi 100 ml.
- Buat suhu seri larutan standar dengan kepekatan yang berbeda dengan cara memipet 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 dan 10,0 ml larutan standar yang sudah diencerkan, masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml.
- Tambahkan pereaksi-pereaksi dengan jumlah dan cara yang sama seperti pada prosedur pengukuran (5.5) butir b-e.
- Ukur absorbans dari sederetan larutan standar tersebut pada panjang gelombang 700 nm.
- Buat kurva kalibrasi dengan memplot absorbans dari larutan standar dengan konsentrasi fosfor dalam larutan. Koreksi dengan penentuan blanko.

### 5 Perhitungan

#### 5.1 Kadar fosfor dalam abu batubara

Kadar fosfor dalam abu batubara dapat dihitung dengan menggunakan rumus :

$$(P \%) = \frac{V \times C_{fp} \times 10^{-4}}{W}$$

Keterangan :

P adalah kadar fosfor dalam abu batubara, dinyatakan dalam persen.

V adalah volume larutan contoh asal dalam milimeter

C adalah konsentrasi larutan contoh yang dibaca dari kurva kalibrasi dalam ppm.

fp adalah faktor pengenceran

W adalah berat abu dalam gram

Catatan : Kadar fosfor ditentukan dari bahan kering.

#### 5.2 Kadar fosfor dalam contoh batubara

Dari hasil perhitungan rumus di atas, kadar fosfor dalam abu batubara dihitung dengan mengalikan faktor 0,01A dalam hal ini A adalah persen abu dalam batubara.



**6 Ketelitian analisis**

Fosfor dalam batubara	Perbedaan maksimum yang diizinkan	
	Lab. yang sama ( <i>repeatability</i> )	Lab. yang berbeda ( <i>reproductibility</i> )
< 0,02 %	0,002 % absolut	0,004 % absolut
> 0,02 %	0,1 dari hasil analisis	0,2 dari hasil analisis













**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.or.id](mailto:bsn@bsn.or.id)